



(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:
08.08.2001 Patentblatt 2001/32

(51) Int Cl.7: **C01C 1/02**

(21) Anmeldenummer: **01102139.1**

(22) Anmeldetag: **01.02.2001**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE TR
 Benannte Erstreckungsstaaten:
AL LT LV MK RO SI

- **Kaibel, Gerd, Dr.**
68623 Lampertheim (DE)
- **Tragut, Christian**
67157 Wachenheim (DE)
- **Anken, Gabriele**
67245 Lamsheim (DE)

(30) Priorität: **01.02.2000 DE 10004311**

(71) Anmelder: **BASF AKTIENGESELLSCHAFT**
67056 Ludwigshafen (DE)

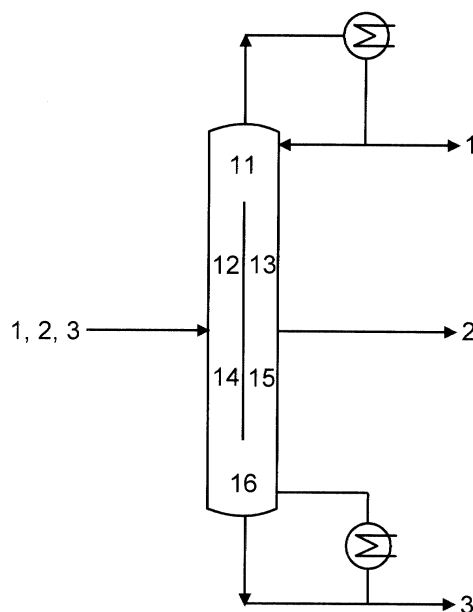
(74) Vertreter: **Isenbruck, Günter, Dr. et al**
Patent- und Rechtsanwälte,
Bardehle-Pagenberg-Dost-Altenburg-Geissler-I
senbruck
Theodor-Heuss-Anlage 12
68165 Mannheim (DE)

(72) Erfinder:
 • **Wostbrock, Karl-Heinz, Dr.**
67591 Mörsstadt (DE)

(54) **Destillative Reinigung von Ammoniak**

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Destillationsapparatur zur kontinuierlich betriebenen destillativen Auftrennung von rohem Ammoniak in eine Leichtsieder-, Hochsieder- und eine mittelsiedende Reinfraction in einer entweder als Trennwandkolonne oder als System thermisch gekoppelter Destillationskolonnen ausgebildeten Destillationsapparatur. Dabei wird die Leichtsiederfraction im Kopf der Destillationsapparatur abgezogen. Die mittelsiedende Reinfraction fällt an einem Seitenabzug an, welcher bevorzugt mit Tropfenabscheidern, insbesondere in Form von Demisterpackungen, ausgestattet ist. Außerdem ist die Gasbelastung der Destillationsapparatur so begrenzt, daß der Betriebsdruck zwischen 2 und 30 bar beträgt und der F-Faktor einen Wert von $2,0 \text{ Pa}^{0,5}$ nicht überschreitet.

FIG.1



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Destillationsapparatur zur kontinuierlich betriebenen destillativen Auftrennung von rohem Ammoniak.

[0002] In der Technik werden große Mengen an reinem Ammoniak, der vorzugsweise weniger als 3 ppm Verunreinigungen enthält, benötigt. Solcher hochreiner Ammoniak wird insbesondere für die Herstellung von Lebensmitteln, für die Eichung von Analysegeräten und insbesondere für die Halbleiterherstellung benötigt. Rohes Ammoniak, welches aus der Ammoniak-Synthese hervorgeht, weist typischerweise einen Ammoniakgehalt von ca. 99,0 bis 99,5 Gew.-% auf. Typische Verunreinigungen sind Wasser, Öl sowie Inertgase, insbesondere Methan, Wasserstoff, Stickstoff und Argon. Rohes Ammoniak ist für die vorstehend genannten Anwendungen unbrauchbar.

[0003] In der WO 96/39265 ist ein Verfahren zur Gewinnung von reinem Ammoniak, ausgehend von rohem Ammoniak, beschrieben. Bei diesem Verfahren wird zunächst Ammoniak verdampft und anschließend durch ein kompliziertes Filterverfahren gereinigt. Das Verfahren ist recht aufwendig und somit insbesondere für die Herstellung größerer Mengen reinen Ammoniaks wirtschaftlich wenig attraktiv.

Prinzipiell besteht die Möglichkeit, durch ausschließlich destillative Maßnahmen aus rohem Ammoniak reinen Ammoniak zu gewinnen. Dabei muß Ammoniak von Leichtsiedern (in der Regel insbesondere Methan, Wasserstoff, Stickstoff und Argon) und von Hochsiedern (insbesondere Wasser und Öl) isoliert werden. Ammoniak ist dabei das mittelsiedende Wertprodukt. Bei der üblichen destillativen Reinigung mittelsiedender Wertprodukte von leicht- und hochsiedenden Verunreinigungen sind verschiedene Verfahrensvarianten gebräuchlich. Im einfachsten Fall wird das entsprechende Zulaufgemisch in zwei Fraktionen, in eine leichtsiedende Kopffraktion und in eine hochsiedende Sumpffraktion, zerlegt. Bei der Auftrennung von Zulaufgemischen in mehr als zwei Fraktionen - z.B. in Leichtsieder, Mittelsieder und Hochsieder — müssen nach dieser Verfahrensvariante mehrere Destillationskolonnen eingesetzt werden. Um den apparativen Aufwand zu begrenzen, setzt man bei der Auftrennung von Vielstoffgemischen, die aus mehr als zwei Komponenten bestehen, auch Kolonnen ein, die sich für die Seitenentnahme flüssiger oder gasförmiger Medien eignen. Die Anwendungsmöglichkeit von Destillationskolonnen mit Seitenabzügen ist jedoch dadurch stark eingeschränkt, daß die an den Seitenabzugsstellen entnommenen Produkte normalerweise nicht völlig rein sind. Bei Seitenentnahmen im Verstärkungsteil einer Destillationsvorrichtung, die üblicherweise in flüssiger Form erfolgen, enthalten die Seitenprodukte noch Anteile an leichtersiedenden Komponenten, die im Normalfall über Kopf abgetrennt werden. Entsprechendes gilt für Seitenentnahmen im Abtriebs- teil, die meist dampfförmig erfolgen und bei denen die

entnommenen Seitenprodukte noch Anteile des Hochsieders aufweisen. Bei der Verwendung solcher konventionellen Seitenabzugskolonnen werden praktisch immer verunreinigte Seitenprodukte erhalten - die Verwendung von Seitenabzugskolonnen ist daher zur Gewinnung von Reinstoffen, und daher zur Gewinnung von reinem Ammoniak, ungeeignet. Insbesondere zur Isolierung von mittelsiedenden Reinstoffen aus Vielstoffgemischen müssen somit in der Regel Kolonnenanordnungen, die aus mindestens zwei separaten Kolonnen bestehen, eingesetzt werden. Der Einsatz solcher Kolonnenanordnungen zur Gewinnung von reinem Ammoniak aus rohem Ammoniak ist aufgrund von energetischen Gründen und wegen des hohen Investitionsaufwandes wirtschaftlich wenig attraktiv.

[0004] Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren bereitzustellen, mit dem, ausgehend von rohem Ammoniak, reiner Ammoniak gewonnen werden kann. Der Reinheitsgrad des erhaltenen Produktes soll so hoch sein, daß dieses sich für die vorstehend genannten Einsatzzwecke eignet. Das Verfahren soll praktisch und wirtschaftlich durchführbar sein.

[0005] Die Lösung dieser Aufgabe ist ein Verfahren zur kontinuierlich betriebenen destillativen Auftrennung von rohem Ammoniak in eine Leichtsieder-, Hochsieder- und eine mittelsiedende Reinfraction in einer entweder als Trennwandkolonne oder als System thermisch gekoppelter Destillationskolonnen ausgebildeten Destillationsapparatur, wobei die Leichtsiederfraktion im Kopf der Destillationsapparatur abgezogen wird, die mittelsiedende Reinfraction an einem Seitenabzug anfällt und die Gasbelastung der Destillationsapparatur so begrenzt ist, daß der Betriebsdruck zwischen 2 und 30 bar beträgt und der F-Faktor einen Wert von $2,0 \text{ Pa}^{0,5}$ nicht überschreitet.

[0006] Der F-Faktor ist ein Maß für die Belastung, die durch den Gasstrom in der Kolonne hervorgerufen wird - sozusagen ein Maß für den Impuls dieses Gases (F-Faktor: Längeneinheit pro Zeiteinheit multipliziert mit der Wurzel aus der Gesamtdichte des Gases).

[0007] Das Betreiben der Destillationsapparatur bei niedrigem F-Faktor gewährleistet die Reinheit des erhaltenen Produkts (der mittelsiedenden Reinfraction). Der F-Faktor wird ermittelt aus dem Produkt der Gasgeschwindigkeit in $[\text{m/s}]$ und der Quadratwurzel aus der Gasdichte in $[\text{kg/m}^3]$.

[0008] In einer bevorzugten Ausführungsform fällt die mittelsiedende Reinfraction an einem Seitenabzug an, welcher mit Tropfenabscheidern ausgestattet ist. Ein mit Tropfenabscheidern ausgestatteter Seitenabzug soll bedeuten, daß im Bereich vor dem Seitenabzug in der Destillationsapparatur und/oder im Seitenabzug selbst Tropfenabscheider angeordnet sind, so daß durch den Seitenabzug keine bzw. nur geringe Flüssigkeitsmengen in Form von Tropfen aus der Destillationsapparatur ausgeschleust werden können - der "Tröpfchenmitriß" durch den Seitenabzug aus der Destillationsapparatur heraus wird verhindert bzw. eingeschränkt. Falls die De-

stillationsapparatur mehrere Seitenabzüge aufweist, so ist zumindest ein Seitenabzug mit Tropfenabscheidern ausgestattet. Bevorzugt liegen solche Tropfenabscheider als Demisterpackungen vor.

[0009] Die Ausstattung des Seitenabzugs mit Tropfenabscheidern fördert zusätzlich die Reinheit des erhaltenen Produkts (der mittelsiedenden Reinfraction).

[0010] Die im Kopf abgezogene Leichtsiederfraktion wird in der Regel gasförmig abgezogen.

[0011] Durch das erfindungsgemäße Verfahren kann aus rohem Ammoniak reiner Ammoniak gewonnen werden, welcher für die vorstehend genannten Einsatzzwecke geeignet ist. Außerdem ist das Verfahren praktisch durchführbar und aufgrund niedriger Investitions- und Energiekosten wirtschaftlich attraktiv. Trennwandkolonnen oder thermisch gekoppelte Destillationskolonnen stellen eine vorteilhafte Alternative zu den vorstehend genannten Destillationsverfahren dar. Der Einsatz von Trennwandkolonnen ermöglicht es, die mittelsiedende Reinfraction aus dem rohen Ammoniak zu isolieren. Bei Trennwandkolonnen ist im mittleren Bereich eine Trennwand angebracht. Diese erstreckt sich oberhalb und unterhalb der Zulaufstelle. Auf der anderen Seite, die sich gegenüber der Zulaufstelle befindet, ist eine Seitenabzugsstelle angeordnet. Zwischen Seitenabzugsstelle und Zulaufstelle befindet sich die Trennwand. In dem Kolonnenbereich, der durch die Trennwand geteilt wird, ist eine Quervermischung von Flüssigkeit- und Brüdenstrom nicht möglich. Dadurch verringert sich bei der Auftrennung des rohen Ammoniaks die Zahl der insgesamt benötigten Destillationskolonnen. Eine Trennwandkolonne ist im Prinzip eine Vereinfachung von thermisch gekoppelten Destillationskolonnen, wobei jedoch letztere höhere Investitionskosten aufweisen. Trennwandkolonnen und thermisch gekoppelte Kolonnen bieten gegenüber der Anordnung von konventionellen Destillationskolonnen sowohl hinsichtlich des Energiebedarfs als auch der Investitionskosten Vorteile. Informationen über Trennwandkolonnen bzw. thermisch gekoppelte Destillationskolonnen sind in der EP-A 0 122 367, in der EP-B 0 126 288 und in der EP-B 0 133 510 aufgeführt.

[0012] Der Betriebsdruck in der Destillationsapparatur beträgt meist zwischen 10 und 20 bar. Der F-Faktor überschreitet in der Regel nicht einen Wert von 1,5 Pa^{0,5}, bevorzugt nicht von 1,0 Pa^{0,5}. In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung werden eine Teilmenge der mittelsiedenden Reinfraction in flüssiger Form und eine weitere Teilmenge der mittelsiedenden Reinfraction gasförmig entnommen. Die gasförmig entnommene, mittelsiedende Reinfraction enthält einen besonders geringen Anteil an Ionen. Meist enthält der rohe Ammoniak 97,0 bis 99,9 Gew.-%, bevorzugt 99,0 bis 99,7 Gew.-% und die mittelsiedende Reinfraction in der Regel mindestens 99,99 Gew.-%, bevorzugt mindestens 99,999 Gew.-%, Ammoniak. In der Regel erfolgt die Entnahme der mittelsiedenden Reinfraction standgerecht, wobei dabei bevorzugt als Regelgröße der

Flüssigkeitsstand im Sumpf verwendet wird.

[0013] Die Erfindung betrifft außerdem eine Destillationsapparatur, die entweder als Trennwandkolonne oder als System thermisch gekoppelter Destillationskolonnen ausgebildet ist, zur Durchführung des vorstehend beschriebenen Verfahrens, wobei im Kopf eine Leichtsiederfraktion abgezogen wird, oberhalb des Sumpfes und unterhalb des Kopfes ein Seitenabzug für eine mittelsiedende Fraktion angeordnet ist und die Gasbelastung in der Trennwandkolonne oder in dem System thermisch gekoppelter Destillationskolonnen so begrenzt ist, daß der Betriebsdruck zwischen 2 und 30 bar und der F-Faktor maximal 2,0 Pa^{0,5}, beträgt.

[0014] In einer bevorzugten Ausführungsform ist der Seitenabzug mit Tropfenabscheidern ausgestattet. Die im Kopf abgezogene Leichtsiederfraktion wird in der Regel gasförmig abgezogen.

[0015] In der anliegenden Zeichnung sind dargestellt,

in Fig. 1 ein vereinfachtes Schema einer Trennwandkolonne sowie

in Fig. 2, in Fig. 3 und in Fig. 4 vereinfachte Schemata von Systemen thermisch gekoppelter Destillationskolonnen.

[0016] Fig. 1 bis Fig. 4 zeigen die Auftrennung von als Vielstoffgemisch vorliegendem rohen Ammoniak. Dabei entsprechen 1 den Leichtsiedern, 2 den Mittelsiedern — diese entsprechen der mittelsiedenden Reinfraction (also reinem Ammoniak) und 3 den Hochsiedern. Die Trennwandkolonne oder thermisch gekoppelte Kolonne weist einen Zulaufteil 12, 14, eine Entnahmeteil 13, 15, einen oberen Kolonnenbereich 11 und einen unteren Kolonnenbereich 16 auf.

[0017] Wie vorstehend beschrieben, kann durch den Seitenabzug reiner Ammoniak, sowohl in flüssiger als auch in gasförmiger Form, gewonnen werden. Bei der flüssigen Entnahme wird Ammoniak mit einer besonders niedrigen Konzentration an Leichtsiedern 1 erhalten. Dies ermöglicht die Herstellung von besonders reinem Flüssigammoniak. Durch die gasförmige Entnahme wird verhindert, daß Spuren von Metallionen in das gasförmige Produkt gelangen.

[0018] Es kann sowohl beim Einsatz von Trennwandkolonnen als auch bei der Verwendung von thermisch gekoppelten Kolonnen vorteilhaft sein, den Zulaufstrom einer Vorverdampfung zu unterziehen und anschließend diesen zweiphasig - flüssig und gasförmig - oder in Form von zwei Strömen - einem gasförmigen und einem flüssigen - der Kolonne zuzuführen. Der Zulaufstrom kann also teilweise oder vollständig vorverdampft werden. Eine solche Vorverdampfung bietet sich besonders dann an, wenn der Zulaufstrom größere Mengen an Leichtsiedern 1 enthält.

[0019] Im Sumpf der Destillationsapparatur scheiden sich neben Ammoniak in der Regel als Schwersieder insbesondere Wasser und Öl ab. Das entnommene

Sumpfprodukt wird meist in einem Abscheider entspannt und dadurch vom Ammoniak befreit.

[0020] Trennwandkolonnen und thermisch gekoppelte Kolonnen können sowohl als Füllkörper oder geordnete Packungen enthaltende Packungskolonnen oder als Bodenkolonnen ausgestaltet sein. In dem zugrundeliegenden Verfahren empfiehlt es sich aus Kostengründen bei Kolonnen, die einen Durchmesser von mehr als 1,2 m aufweisen, Böden, bevorzugt Ventil- oder Siebböden, einzusetzen. Die so ausgerüsteten Kolonnen sind im Bereich unterhalb des Seitenabzugs mit Demistern oder anderen Tropfenabscheidern ausgestattet. Beim Einsatz von Trennwandkolonnen können in der Regel Böden erst ab einem Kolonnendurchmesser von etwa 2 m, sinnvoll eingesetzt werden. Werden Packungskolonnen eingesetzt, so sind geordnete Gewebepackungen mit einer spezifischen Oberfläche von 300 bis 800 m²/m³, bevorzugt von 500 bis 750 m²/m³, besonders geeignet. Auch bei diesen Kolonnen empfiehlt sich die Verwendung von Demistern oder anderen Tropfenabscheidern im Bereich des Seitenabzugs.

[0021] In Kolonnenbereichen angeordnete Böden, die neben der Trennwand angeordnet sind, werden bevorzugt so angeordnet, daß die Trennwand in einem Winkel von ca. 90° zu den entsprechenden Zulauf- und Ablaufschächten der Böden steht. Eine solche Anordnung hat den Vorteil, daß die Trennwand zur Versteifung der Böden eingesetzt wird und die Träger, die für die Abstützung der Böden vorgesehen sind, leichter ausgeführt werden können. Meist werden die Träger parallel zur Trennwand angeordnet, um ein vorzeitiges Fluten der Kolonne zu vermeiden.

[0022] Die Gesamtzahl der Trennstufen beträgt in der Regel etwa 20 bis 60, bevorzugt 25 bis 30.

[0023] Der obere Kolonnenbereich 11 der Destillationsapparatur weist in der Regel 5 bis 30 %, bevorzugt 10 bis 25 %, der Verstärkungsteil 12 des Zulaufteils 12, 14 5 bis 50 %, bevorzugt 25 bis 40 %, der Abtriebsteil 14 des Zulaufteils 12, 14 5 bis 50 %, bevorzugt 25 bis 40 %, der Abtriebsteil 15 des Entnahmeteils 13, 15 5 bis 50 %, bevorzugt 25 bis 40 %, der Verstärkungsteil 13 des Entnahmeteils 13, 15 5 bis 50 %, bevorzugt 25 bis 40 % und der untere Kolonnenbereich 16 5 bis 30 %, bevorzugt 10 bis 25 %, der Gesamtzahl der Trennstufen der Destillationsapparatur auf. Meist beträgt die Summe der Trennstufen der Teilbereiche 12 und 14 des Zulaufteils 12, 14 80 bis 120 %, bevorzugt 90 bis 110 % der Summe der Trennstufen der Teilbereiche 13 und 15 im Entnahmeteil 13, 15.

[0024] In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung weist die Trennwandkolonne am oberen und unteren Ende der Trennwand Probeentnahmemöglichkeiten auf. Durch diese können aus der Kolonne kontinuierlich oder in zeitlichen Abständen in flüssiger oder gasförmiger Form Proben entnommen und hinsichtlich ihrer Zusammensetzung untersucht werden.

[0025] Für die Regelung von Trennwandkolonnen und thermisch gekoppelten Kolonnen werden allgemein

verschiedene Regelungsstrategien beschrieben. Entsprechende Beschreibungen finden sich in der US-A 4,230,533, in der DE-C 35 22 234, in der EP-A 0 780 147 und in der Zeitschrift "process engineering", 2 (1993) 33 bis 34.

[0026] Für die Regelung des erfindungsgemäßen Verfahrens erweist sich ein hiervon abweichendes Regelungskonzept als besonders günstig. Dieses ist besonders darauf ausgelegt, daß der Druck und die Temperatur im gesamten Innenbereich der erfindungsgemäßen Destillationsapparatur nur gering variieren. Wesentlich an dem Regelungskonzept sind:

- Eine Mengenregelung für den Kopfabzug der Destillationsapparatur, die als Stellgröße die Kühlwassermenge des entsprechenden, im Kopf angeordneten Kondensators nutzt (der Kopfabzug erfolgt mengengeregelt);
- eine Temperaturregelung im unteren Kolonnenbereich 16, die als Stellgröße die Sumpfantnahmemenge nutzt; die Entnahme des Sumpfproduktes erfolgt somit temperaturgeregelt, wobei als Regeltemperatur eine Temperatur verwendet wird, die entweder durch eine Meßstelle im unteren Kolonnenbereich 16, oder im Sumpf, aufgenommen wird;
- eine Standregelung am Kolonnensumpf, die als Stellgröße die Seitenentnahmemenge nutzt;
- eine Regelung für den Differenzdruck über der Kolonne, wobei die Regelung als Stellgröße die Heizdampfmenge bzw. den Heizdampfdruck des Sumpfverdampfers der Destillationsapparatur nutzt.

[0027] In der Regel wird die Flüssigkeit auf den Zulaufteil 12, 14 mit Hilfe einer Pumpe gefördert oder über eine statische Zulaufhöhe von mindestens ca. 1 m mengengeregelt aufgegeben. Die Regelung wird bevorzugt so eingestellt, daß die auf den Zulaufteil aufgegebene Flüssigkeitsmenge nicht unter 30 % des "Normalwertes" (als Normalwert soll die Menge angesehen werden, die bei dem entsprechenden kontinuierlichen Verfahren im zeitlichen Mittel pro Zeiteinheit an einer bestimmten Stelle anfällt) sinken kann. Bevorzugt wird die Aufteilung der aus dem Teilbereich 13 im Entnahmeteil 13, 15 ablaufenden Flüssigkeit auf den Seitenabzug und auf den Teilbereich 15 im Entnahmeteil 13, 15 durch eine Regelung so eingestellt, daß die auf den Teilbereich 15 aufgegebene Flüssigkeitsmenge nicht unter 30 % des "Normalwertes" sinken kann.

[0028] Bei der Trennung von Vielstoffgemischen in eine Leichtsieder-, Mittelsieder- und Hochsiederfraktion existieren üblicherweise Spezifikationen über den maximal zulässigen Anteil an Leichtsiedern 1 und Hochsiedern 3 in der Mittelsiederfraktion. Dabei werden entweder einzelne für das Trennproblem kritische Komponenten

ten, sogenannte Schlüsselkomponenten, oder die Summe von mehreren Schlüsselkomponenten spezifiziert. Die Einhaltung dieser Spezifikation für die Hochsieder 3 in der Mittelsiederfraktion (also in der mittelsiedenden Reinfraction) wird bevorzugt über das Aufteilungsverhältnis der Flüssigkeit am oberen Ende der Trennwand geregelt.

[0029] In der Regel wird die aus dem oberen Kolonnenbereich 11 ablaufende Flüssigkeit in einem in der Kolonne oder außerhalb der Kolonne angeordneten Auffangraum gesammelt und gezielt durch eine Festeinstellung oder Regelung am oberen Ende der Trennwand so aufgeteilt, daß das Verhältnis des Flüssigkeitsstromes zum Zulaufteil 12, 14 zu dem zum Entnahmeteil 13, 15 0,1 bis 1,0, bevorzugt 0,6 bis 0,9, beträgt. Die Brüdenmenge wird meist am unteren Ende der Trennwand durch Wahl der Trenneinbauten und/oder den zusätzlichen Einbau Druckverlust erzeugender Einbauten, beispielsweise von Blenden, so eingestellt, daß das Mengenverhältnis des Brüdenstroms im Zulaufteil 12, 14 zu dem im Entnahmeteil 13, 15 0,8 bis 1,2, bevorzugt 0,9 bis 1,1, beträgt.

[0030] Die Spezifikation für die Leichtsieder 1 in der mittelsiedenden Reinfraction wird bevorzugt durch die Heizleistung geregelt.

[0031] Zur Entnahme und Aufteilung der Flüssigkeiten am oberen Ende der Trennwand und an der Seitenentnahmestelle eignen sich sowohl innen liegende als auch außerhalb der Kolonne angeordnete Auffangräume für die Flüssigkeit, welche die Funktion einer Pumpenvorlage übernehmen. Bei Bodenkolonnen ist es besonders günstig, hierzu den Ablaufschacht auf etwa das 2- bis 3-fache der üblichen Höhe zu vergrößern und in dem Ablaufschacht die entsprechende Flüssigkeitsmenge zu speichern. Bei der Verwendung von gepackten Kolonnen wird die Flüssigkeit zunächst in Sammlern gefaßt und von dort aus in einen innen liegenden oder außen liegenden Auffangraum geleitet. Bei kleineren Flüssigkeitsdurchsätzen bis zu 10 m³/h bieten Schwenktrichter eine kostengünstige Alternative.

[0032] Anstelle einer Trennwandkolonne kann erfindungsgemäß auch eine Zusammenschaltung von zwei Destillationskolonnen in Form einer thermischen Kopplung - ein System thermisch gekoppelter Destillationskolonnen — eingesetzt werden. Dabei sind in der Regel beide der thermisch gekoppelten Destillationskolonnen mit jeweils einem eigenen Verdampfer und einem Kondensator ausgestattet. Ein System thermisch gekoppelter Destillationskolonnen kann bei entsprechenden zur Verfügung stehenden Destillationskolonnen eine sinnvolle Alternative zu Trennwandkolonnen sein. Es ist praktikabel, Schaltungsformen auszuwählen, die es ermöglichen, daß ausschließlich flüssige Verbindungsströme zwischen den einzelnen Destillationskolonnen auftreten. Diese speziellen Verschaltungen bieten den Vorteil, daß die beiden Destillationskolonnen unter verschiedenen Drücken betrieben werden können, mit dem Vorteil, daß diese sich besser an die Temperaturniveaus

vorhandener Heiz- und Kühlmedien anpassen lassen.

Patentansprüche

1. Verfahren zur kontinuierlich betriebenen destillativen Auftrennung von rohem Ammoniak in eine Leichtsieder-, Hochsieder- und eine mittelsiedende Reinfraction in einer entweder als Trennwandkolonne oder als System thermisch gekoppelter Destillationskolonnen ausgebildeten Destillationsapparatur, wobei die Leichtsiederfraktion im Kopf der Destillationsapparatur abgezogen wird, die mittelsiedende Reinfraction an einem Seitenabzug anfällt und die Gasbelastung der Destillationsapparatur so begrenzt ist, daß der Betriebsdruck zwischen 2 und 30 bar beträgt und der F-Faktor einen Wert von 2,0 Pa^{0,5} nicht überschreitet.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Betriebsdruck zwischen 10 und 20 bar beträgt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der F-Faktor einen Wert von 1,5 Pa^{0,5}, bevorzugt von 1,0 Pa^{0,5}, nicht überschreitet.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die mittelsiedende Reinfraction an einem Seitenabzug anfällt, welcher mit Tropfenabscheidern ausgestattet ist.
5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Tropfenabscheider in Form von Demisterpackungen vorliegen.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß eine Teilmenge der mittelsiedenden Reinfraction in flüssiger Form und eine weitere Teilmenge der mittelsiedenden Reinfraction gasförmig entnommen wird.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß der rohe Ammoniak 95,0 bis 99,9 Gew.-%, bevorzugt 99,0 bis 99,7 Gew.-% und die mittelsiedende Reinfraction mindestens 99,99 Gew.-%, bevorzugt mindestens 99,999 Gew.-%, Ammoniak enthält.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Entnahme der mittelsiedenden Reinfraction standgeregt erfolgt und dabei bevorzugt als Regelgröße der Flüssigkeitsstand im Sumpf verwendet wird.
9. Destillationsapparatur, die entweder als Trennwandkolonne oder als System thermisch gekoppelter Destillationskolonnen ausgebildet ist, zur Durch-

führung des Verfahrens gemäß einem der Ansprüche 1 bis 8, wobei im Kopf eine Leichtsiederfraktion abgezogen wird, oberhalb des Sumpfes und unterhalb des Kopfes ein Seitenabzug für eine mittelsiedende Fraktion angeordnet ist und die Gasbelastung in der Trennwandkolonne oder in dem System thermisch gekoppelter Destillationskolonnen so begrenzt ist, daß der Betriebsdruck zwischen 2 und 30 bar und der F-Faktor maximal $2,0 \text{ Pa}^{0,5}$, beträgt.

10. Destillationsapparatur nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß der Seitenabzug mit Tropfenabscheidern ausgestattet ist, insbesondere in Form von Demisterpackungen.

20

25

30

35

40

45

50

55

FIG.1

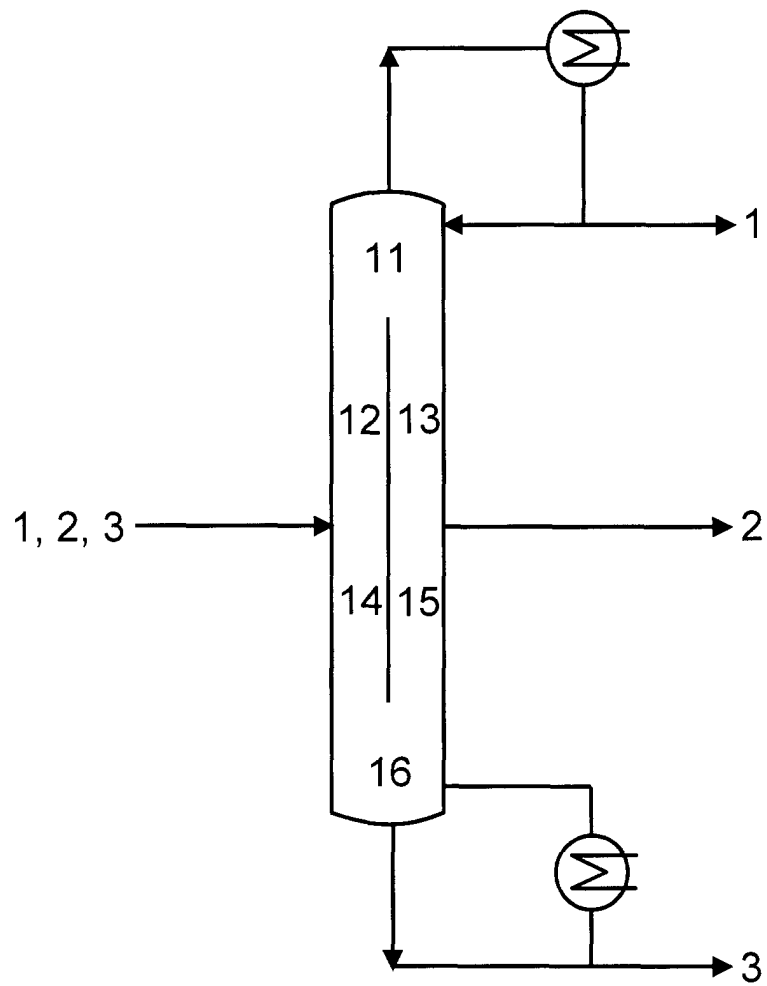


FIG.2

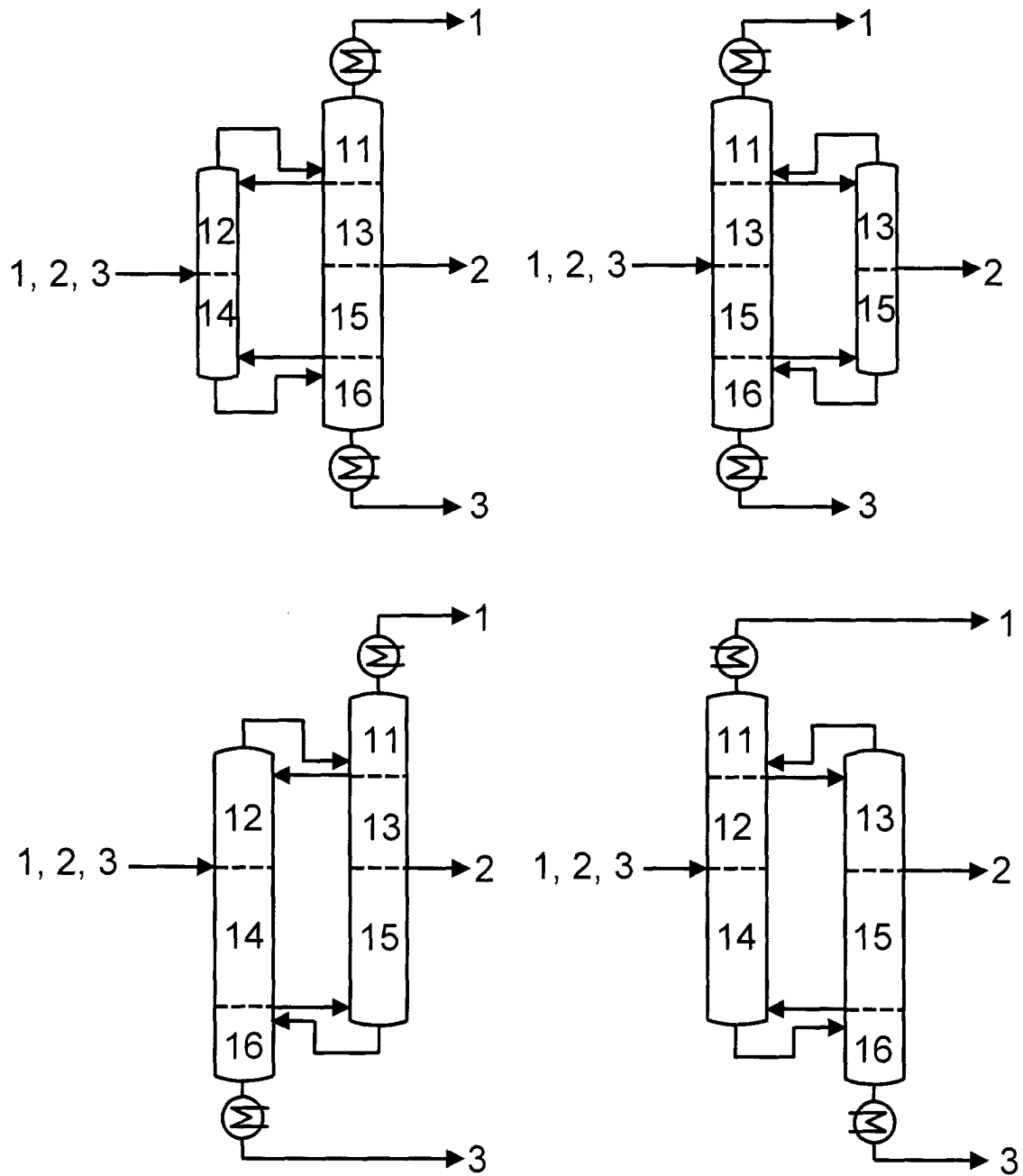


FIG.3

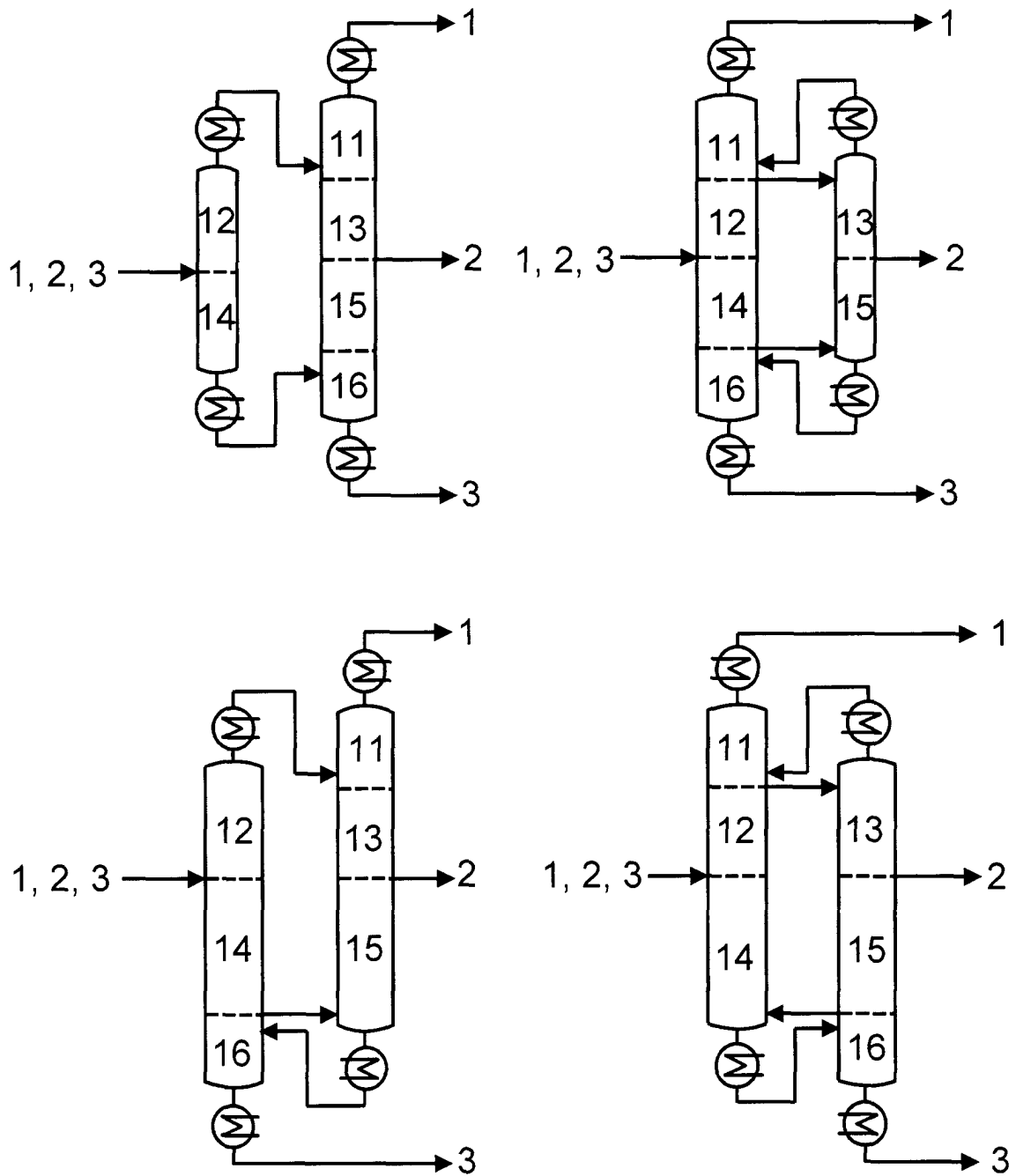
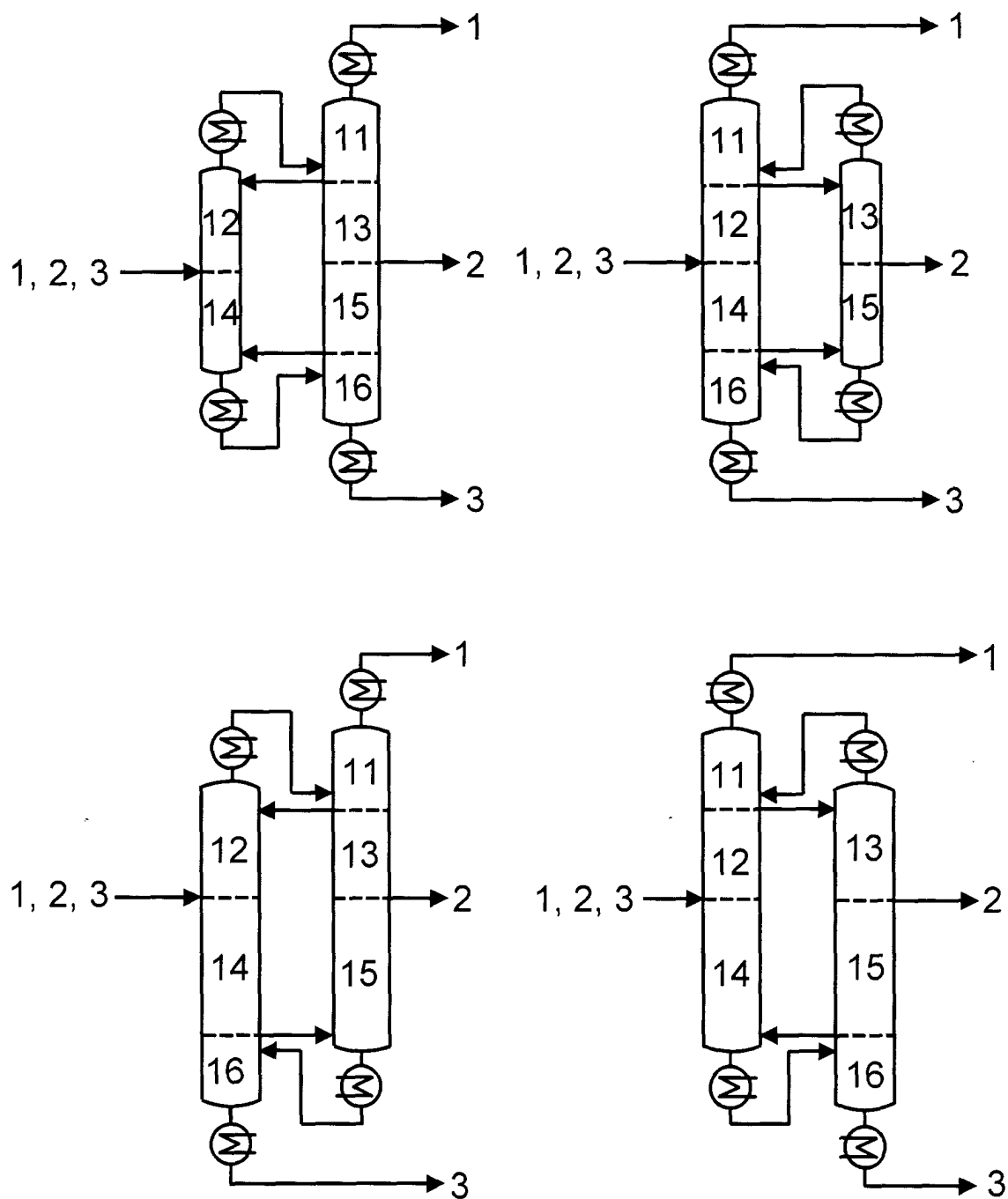


FIG.4





Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 01 10 2139

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.7)
A,D	WO 96 39265 A (HOFFMAN JOE G ;CLARK R SCOT (US); STARTEC VENTURES INC (US)) 12. Dezember 1996 (1996-12-12) * Anspruch 1 *	1	C01C1/02
A,D	EP 0 122 367 A (BASF AG) 24. Oktober 1984 (1984-10-24) * Beispiel 1 *	1	
A,D	EP 0 780 147 A (BASF AG) 25. Juni 1997 (1997-06-25) * Anspruch 20 *	9	
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort BERLIN		Abschlußdatum der Recherche 2. Mai 2001	Prüfer Clement, J-P
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	

EPO FORM 1503 03.82 (P04C03)

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT
ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 01 10 2139

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.

Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am
Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

02-05-2001

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
WO 9639265 A	12-12-1996	WO 9639358 A	12-12-1996
		AU 2862495 A	24-12-1996
		AU 6093496 A	24-12-1996
		AU 6103696 A	24-12-1996
		AU 6161896 A	09-01-1997
		AU 6161996 A	24-12-1996
		AU 6178196 A	24-12-1996
		AU 6329096 A	24-12-1996
		AU 6333896 A	24-12-1996
		CN 1190913 A	19-08-1998
		CN 1198102 A	04-11-1998
		CN 1190360 A	12-08-1998
		CN 1198110 A	04-11-1998
		DE 69611911 D	05-04-2001
		EP 0830316 A	25-03-1998
		EP 0835168 A	15-04-1998
		EP 0836524 A	22-04-1998
		EP 0833705 A	08-04-1998
		EP 0835169 A	15-04-1998
		EP 0836719 A	22-04-1998
		EP 0831978 A	01-04-1998
		EP 0836536 A	22-04-1998
		JP 11506411 T	08-06-1999
		JP 11507004 T	22-06-1999
		JP 11509980 T	31-08-1999
		JP 11507001 T	22-06-1999
		US 6063356 A	16-05-2000
		WO 9639263 A	12-12-1996
		WO 9641687 A	27-12-1996
		WO 9639264 A	12-12-1996
		WO 9639237 A	12-12-1996
		WO 9639266 A	12-12-1996
		WO 9639651 A	12-12-1996
EP 0122367 A	24-10-1984	DE 3302525 A	26-07-1984
		JP 59142801 A	16-08-1984
EP 0780147 A	25-06-1997	DE 19547450 A	26-06-1997

EPO FORM P0461

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82